

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

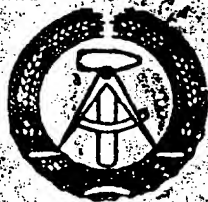
**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (uspto)

EAST GERMANY 509

PATENTSCHRIFT 116 520

Deutsche
Demokratische
Republik



Amt
für Erfindungs-
und Patentwesen

Wirtschaftspatent

Staat gemäß § 1 Absatz 1 des Patentgesetzes vom 1. September 1960

Zusatzpatent zum Patent:

Anmeldetag: 24.10.74

(WPG 03 c / 181 686)

Priorität:

Ausgabetag: 20.11.75

Int. Cl.
G 03 C 1/72

Kl.:
57 b. 1.72

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Erfinder: Hörhold, Dr. Hans-Heinrich;
Klemm, Dr. Elisabeth;
Klemm, Dr. Dieter;
Becker, Dr. Robert

zugleich

Inhaber:

BEST AVAILABLE COPY

Verfahren zur Herstellung von photochromen Polymersystemen

116 520

116 520

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von photochromen Polymeren, Systemen, die als Filme, Klebstoffe, Lacke, Beschichtungen, Lacke, Klebstoffe oder in anderen Applikationsformen durch Bestrahlung mit ultraviolettem oder polaren kurzwelligem Licht eine reversible Farbänderung durch Auslösen der Bestrahlung hervorgebracht werden können und durch erneute Bestrahlung in ihre ursprüngliche Form zurückgeführt werden.

Die Polymeren gewinnen zunehmend technische Bedeutung, Neben der Erzeugung von Licht aufblühenden Farbfeldern, bei Gegenständen, die als photochromen Polymeren als Aufzeichnungsmittel oder als optische Filter eingesetzt werden.

Obwohl eine große Zahl von an sich photochromen Verbindungen bekannt ist, ist doch ihre Anwendung für die genannten Zwecke aus verschiedenen Gründen stark eingeschränkt. Bei vielen photochromen Systemen ist der Farbwert, d. h. die Lebensdauer der photochromen Farbform ist in den zur Anwendung geeigneten Polymeren so gering, daß die Effekte für die genannten Zwecke nicht ausreichend sind und daher nicht genutzt werden können. Einer Anwendung mehrerer photochromer Verbindungen in Polymersystemen steht häufig ihre außerordentlich aufwendige Synthese im Wege.

Es ist bekannt, daß ortho-Nitrobenzylverbindungen, insbesondere ortho-Nitrobenzylpyridine, leicht herstellbar sind und auffällige photochrome Eigenschaften (Farbwechsel farblos-blau) besitzen. Es ist auch bereits vorgeschlagen worden, ortho-Nitrobenzylverbindungen in Lösung oder eingebracht in Vinylpolymerisate technisch zu nutzen. Die bisher vorgeschlagenen und bekannten Polymersysteme dieser an sich günstigen Verbindungsklasse zeigen aber bei Raumtemperatur mit wenigen Ausnahmen keine ausreichende Stabilität. Die Stabilisierung der Farbform erfordert entweder niedrige Temperaturen und damit die Anwendung von Kühlsystemen oder den nur durch den Zusatz weiterer Stoffe, z. B. von Basen in flüssiger Phase erreicht werden, die zudem die Reversibilität der Photochromieaktion beeinträchtigen.

Es ist bekannt, daß 2-(2',4'-Dinitrobenzyl)-pyridin in einigen kondensierten Polymeren, wie Celluloseacetat, Polymethylmethacrylat und Polystyrol, bei Raumtemperatur nur bei intensiver Bestrahlung und nur für einige Sekunden in die Farbform übergeht. Außerdem tritt in diesen Polymersystemen eine kristalline Ausscheidung der photochromen Verbindung ein, was für die optische Durchlässigkeit nachteilig ist und bei manchen Verbindungen (4-(2',4'-Dinitrobenzyl)-pyridin), die im Kristall nicht photochrom sind, sogar zum Verlust der Photochromie führt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, solche Polymersysteme zu finden, die die oben genannten Nachteile nicht aufweisen, in vielfältiger Formgebung und einfacher Technologie herstellbar sind und die die Farbform der ortho-Nitrobenzylverbindungen so stabilisieren, daß die Photochromie bei Raumtemperatur möglich ist. Es zeigt sich überraschenderweise, daß die Einarbeitung von ortho-Nitrobenzylverbindungen in methacrylpolymere komplikationslos möglich ist und daß eine Polymermatrix die Urethangruppierungen enthält, eine dauerhafte und intensive Photochromie eingebrachter ortho-Nitrobenzylverbindungen bewirkt. Die Aufgabe ist erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man zur Polyurethanbildung führenden Reaktionssystemen photochrome ortho-Nitrobenzylverbindungen zusetzt und damit einen

homogenen Einfluß erzielt, der sich in diesen Polymersystemen erzeugt oder dadurch, daß man photochrome ortho-Nitrobenzylverbindungen einsetzt, die eine funktionelle Gruppe enthalten, welche mit einer der Komponenten des polyurethanbildenden Systems zu reagieren vermag und hierdurch eintritt an das Polyurethangerüst festsetzt wird oder dadurch, daß man photochrome ortho-Nitrobenzylverbindungen in bekannte Weise in vorgegebene Polymersysteme einbettet.

Als Polyurethane sind dabei Reaktionsprodukte aus Di- oder Polyisocyanaten mit di- oder multifunktionellen H-atom-Verbindungen, besonders Polyolen zu verstehen. Beispiele für solche Produkte sind Umsetzungsprodukte aus Hexamethylendiiisocyanat, Tetrahydroisocyanat, bzw. gegebenenfalls oligomeren Diphenylmethandiisocyanaten mit OH-gruppentragenden Polyestern, Polyamiden und oder Polyethern, die mindestens zwei OH-Gruppen je Molekül enthalten. Die Polyurethansysteme können dabei je nach der gewünschten Verarbeitung, bzw. Applikationsart bekannte Zusatzstoffe, wie Katalysatoren, Wärmestützmittel, Träsmittel, Schaumstabilisatoren usw. enthalten.

Als für das Einbringen in das Polyurethan geeignete ortho-Nitrobenzylverbindungen seien beispielsweise die Formeln genannt, die auf Seite 1 aufgeführt sind.

Als funktionelle Gruppen der photochromen Dinitrobenzylverbindungen, die eine chemische Bindung an das reagierende Polyadditionssystem vermitteln, seien beispielsweise genannt: Amino-Gruppen, Hydroxylgruppen, Carboxylgruppen.

Es ist überraschend, daß die farbige Form der ortho-Nitrobenzylverbindungen durch die Polyurethanmatrix generell so stark stabilisiert wird, daß der Farbwechsel bei Raumtemperatur auftritt. Ferner ist besonders hervorzuheben, daß auf diese Weise die ortho-Nitrobenzylverbindungen mit der einfachsten Herstellung, insbesondere auch das 2-(2',4'-Dinitrobenzyl)-pyridin, verwendet werden können.

Die stabilisierende Wirkung der Polyurethanmatrix für die Farbform der Dinitrobenzylverbindungen wird nicht beeinträchtigt, wenn interpenetrierende Copolymere z. B. mit Acrylaten hergestellt werden. Dadurch ist es möglich, die Eigenschaften der Polymersysteme nach Belieben zu ändern und zu verfeinern.

Das erfindungsgemäße Verfahren gestattet die Herstellung von bei Raumtemperatur photochromen Polymersystemen in einer weiten Variationsbreite oder Applikationsform, z. B. als klar durchsichtige photochrome Körper in beliebiger Gestalt. Weiterhin gestattet das erfindungsgemäße Verfahren die Herstellung von photochromen Polyurethanschaumstoffen, Lacken, kautschukelastischen Stoffen sowie Kleb- und Beschichtungsstoffe z. B. für Kunstleder, Papier, Polymerunterlagen oder Glas in einer Vielzahl für üblichen Beschichtungsformen. Die erfindungsgemäß hergestellten photochromen Polymersysteme mit weiter Variationsbreite zeigen bei Bestrahlung einen reversiblen Farbwechsel von farblos nach blau.

Die nachfolgenden Beispiele erläutern Möglichkeiten der Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens, ohne in irgendeiner Weise einzuschränken.

Beispiel 1:

1,0 g 2-(2',4'-Dinitrobenzyl)-pyridin werden unter Inertgas in 25,0 g frisch destilliertem Methacrylsäuremethylester gelöst und mit 0,1 g Azo-bis-isobutyronitril versetzt. Man erhitzt 25 Std. auf 50°C und erhält so einen klar

1.0 g 2-(2,4'-Dinitrobenzyl)-4-picolin werden in 25,6 g HDI gelöst und mit 11,6 g Polyl II versetzt und mit 42,8 g Polyl II verrührt, bis eine klare Lösung entstanden ist. Anschließend wird im Ölpumpenvakuum etwa 5 bis 10 Min. entgast. Zur Herstellung glasklarer Polyurethankörper gibt man die viskose Lösung in ein geeignetes Gefäß und läßt 24 Std. bei Raumtemperatur und etwa 40 Std. bei 50 °C aushärten.

Beispiel 2:

1,0 g 2-(2,4'-Dinitrobenzyl)-4-picolin werden in 25,6 g Hexamethylendisocyanat gelöst und mit 21,9 g eines trifunktionellen Polyätheralkohols der OH-Zahl 410 (Polyätherpolyl, Polyl II) verrührt. Die klare Lösung versetzt man mit 42,8 g eines Polyätheralkohols auf der Basis Phthalsäure mit der OH-Zahl 225 (Polyl II) und rührt so lange, bis der Ester vollständig gelöst ist. Anschließend wird im Ölpumpenvakuum etwa 5 bis 10 Min. entgast. Zur Herstellung glasklarer Polyurethankörper gibt man die viskose Lösung in ein geeignetes Gefäß und läßt 24 Std. bei Raumtemperatur und etwa 40 Std. bei 50 °C aushärten.

Die erhaltenen glasklaren Polyurethankörper zeigen im Gegensatz zu Beispiel 1 bei Raumtemperatur eine intensive Photochromie mit dem reversiblen Farbwechsel von farblos nach blau.

Beispiel 3:

1,0 g des nitrierten 2- und 4-Benzylpyridin-Isomergemisches werden in 25,6 g HDI gelöst, mit 11,6 g Polyl I versetzt und mit 42,8 g Polyl II verrührt, bis eine klare Lösung entstanden ist. Anschließend wird im Ölpumpenvakuum etwa 5 bis 10 Min. entgast, mit 0,05 g Dibutylzinnlaurat als Katalysator verrührt und zu Filmen vergossen oder in ein geeignetes formgebendes Gefäß gebracht. Die Härtung erfolgt in 24 Std. bei Raumtemperatur und anschließend 40 Std. bei 50 °C. Die erhaltenen glasklaren Polyurethanfilme und -körper zeigen im Gegensatz zu Beispiel 1 bei Raumtemperatur eine intensive Photochromie mit dem reversiblen Farbwechsel von farblos nach blau.

Beispiel 4:

In ein Gemisch aus 20 g eines bifunktionellen Polyätheralkohols der OH-Zahl 35, 0,05 g Dibutylzinnlaurat und 1,2 g HDI werden 1,2 g 2-(2,4'-Dinitro-5'-methylbenzyl)-4-picolin bis zur vollständigen Lösung eingebracht. Das Reaktionsgemisch wird anschließend mit einem Geißelrührer auf einer mit einem Trennmittel versehenen Metallplatte zu einem Film ausgegossen. Nach 24 Std. läßt sich der ausgehärtete Film abziehen; er zeigt im Gegensatz zu Beispiel 1 bei Bestrahlung bei Raumtemperatur einen intensiven, reversiblen Farbwechsel von farblos nach tiefblau.

Beispiel 5:

Ein Gemisch von 1,0 g 2-(2,4'-Dinitrobenzyl)-isonicotinsäure, 16 g eines difunktionellen Polyesteralkohols der

OH-Zahl 35, 2 g eines trifunktionellen Polyesteralkohols der OH-Zahl 225, 0,1 g DABCO und 2 g HDI werden homogen vermischt. Mit dem mittelektrosen Reaktionsgemisch werden Platten aus Glas bzw. Polymethylmethacrylat untereinander bzw. einander verklebt. Dabei beträgt die Klebschichtdicke etwa 0,2 mm.

Nach 12 Std. Härtung bei Raumtemperatur sind die Verbindungen ausgehärtet. Die erhaltenen Verbindungen zeigen im Gegensatz zu Beispiel 1 bei Raumtemperatur eine intensive Photochromie mit dem reversiblen Farbwechsel von farblos nach blau.

Beispiel 6:

21,4 g eines Polyätheralkohols auf der Basis Phthalsäure mit der OH-Zahl 225 (Polyl II) werden mit 12,8 g Hexamethylendisocyanat verrührt, mit 5,8 g eines trifunktionellen Polyätheralkohols der OH-Zahl 410 (Polyätherpolyl, Polyl II) versetzt, 0,05 g Dibutylzinnlaurat als Katalysator hinzugefügt und bei Raumtemperatur 12 Std. stehen gelassen. Das so erhaltene Polyurethan löst man in 100 ml Aceton, fügt 5,0 g 2-(2,4'-Dinitrobenzyl)-pyridin hinzu und vergießt auf einer Glasplatte zu Filmen. Zur Entfernung von Lösungsmittelresten trocknet man 10 Std. bei Raumtemperatur und anschließend im Vakuum bei 50 °C. Die erhaltenen Filme zeigen im Gegensatz zu Beispiel 1 bei Raumtemperatur eine intensive Photochromie mit dem reversiblen Farbwechsel von farblos nach blau.

Patentansprüche:

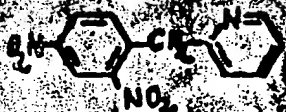
1. Verfahren zur Herstellung von photochromen Polymeren, dadurch gekennzeichnet, daß man zu Polyurethanen färbenden Reaktionsprodukten photochrome ortho-Nitrobenzylverbindungen zusetzt und somit die ortho-Nitrobenzylverbindungen in die sich bildenden Polyurethane eingeschlossen werden.

2. Verfahren zur Herstellung von photochromen Polymeren, dadurch gekennzeichnet, daß man zu Polyurethanen färbenden Reaktionsprodukten photochrome ortho-Nitrobenzylverbindungen zusetzt, die eine funktionelle Gruppe enthalten, welche mit einer der Komponenten des polyurethanbildenden Systems zu reagieren vermag und hierdurch chemisch an das Polyurethan fixiert werden.

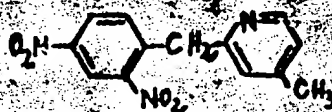
3. Verfahren zur Herstellung von photochromen Polymeren, dadurch gekennzeichnet, daß man photochrome ortho-Nitrobenzylverbindungen in bekannter Weise in vorgebildete Polyurethane einbettet.

Beilage 1: Seite Formeln

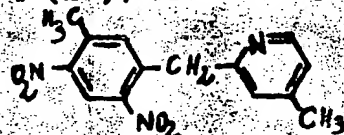
2-(2',4'-Dinitrobenzyl)-pyridin bzw. Nitrierungsprodukt des Isomergemisches aus 2- und 4-Benzylpyridin



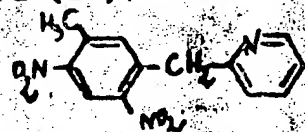
2-(2',4'-Dinitrobenzyl)-4-picolin



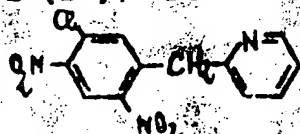
2-(2',4'-Dinitro-5'-methylbenzyl)-4-picolin



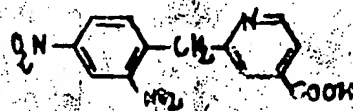
2-(2',4'-Dinitro-5'-methylbenzyl)-pyridin



2-(2',4'-Dinitro-5'-chlorbenzyl)-pyridin



2-(2',4'-Dinitrobenzyl)-isonicotinsäure



2,2',4,4'-Tetranitrodiphenylmethan



EAST GERMANY

German Democratic Republic Patent No. 116 520
Filed 24th October, 1974
Issued 20th November, 1975

Title: METHOD OF PREPARING PHOTOCHROMIC POLYMER SYSTEMS

Inventors: Hans-Heinrich Hörhold, Elizabeth Klemm, Dieter Klemm and Robert Becker.

The invention concerns a method of preparing photochromic polymer systems which, in the form of films, bodies, cellular substances, coatings, lacquers, adhesives or in similar application forms, take on a coloration when irradiated with sunlight or with a suitable source of artificial light, the said coloration vanishing slowly after cutting off the irradiation and being restored again when irradiating is renewed.

Such polymer systems are becoming increasingly important. In addition to the color effects which occur in light in the case of consumer goods, such photochromic polymers can be used as recording media as well as optical filters.

Although a large number of photochromic compounds are known, their use for the stated purpose is greatly restricted for various reasons. In many photochromic systems, the color difference which occurs on irradiation is either too small or the duration of the photochromic color form is so small in the polymers suitable for the applications that the effects for the stated purpose are inadequate and thus cannot be used. In the case of several photochromic compounds, their exceptionally expensive synthesis frequently stands in the way of their being used in polymer masses.

It is known that certain nitrobenzyl compounds, especially ortho-nitrobenzyl pyridines, are easily produced and possess astonishing photochromic properties (color change: colorless--blue). The proposal has also already been made to make commercial use of ortho-nitrobenzyl compounds in

solution or introduced into vinyl polymerizates. However, the previously proposed and known polymer systems of this favorable class of compounds display, with few exceptions, no adequately stable photochromatism at room temperature. Stabilization of the color form requires either low temperatures and hence the use of cooling systems, or can only be obtained by the inclusion of additional substances such as, for example, bases in the liquid phase, which could impair the reversibility of the photochromic reaction.

It is known that 2-(2',4'-dinitrobenzyl)-pyridine in certain conventional polymers such as, for example, cellulose acetate, polymethyl methacrylate and polystyrene go into the colored form only with intense irradiation and then only for a few seconds. In addition, a crystalline deposition of the photochromic compound takes place in these polymer matrices, which impairs the optical transparency and, in many [4-(2',4'-dinitrobenzyl)-pyridine] compounds, which, in the crystal, are not photochromic, even leads to the loss of the photochromatism.

The invention's basic task is to find polymer matrices which do not display the above-mentioned drawbacks and which can be prepared in many forms and with the use of a simple technology, and so stabilize the color form of the ortho-nitrobenzyl compounds that the photochromatism is possible at room temperature. Surprisingly, it has been found that the incorporation of ortho-nitrobenzyl compounds in urethane polymers is possible and that a polymer matrix, which contains urethane groups, produces a lasting and intense photochromatism in incorporated ortho-nitrobenzyl compounds. This task is accomplished in accordance with the invention by adding photochromic ortho-nitrobenzyl compounds to the reaction systems which lead to the formation of polyurethanes and thereby produce a homogeneous inclusion into the forming polyurethane; it is solved in the case where photochromic nitrobenzyl compounds

are added which contain a functional group which is capable of reacting with one of the components of the urethane-forming system and thereby becomes chemically fixed in the polyurethane framework, or is solved by incorporating photochromic ortho-nitrobenzyl compounds in known manner in preformed polyurethanes.

In this process, by polyurethanes are meant reaction products obtained from polyisocyanates with di or multi-functional H-acid compounds, especially polyols. Examples of such products are reaction products obtained from hexamethylene diisocyanate, toluylene diisocyanates or, if such be the case, oligomeric diphenyl methane diisocyanates with OH group-carrying polyesters, polyamides and/or polyethers which contain at least two OH groups per molecule. Depending on the desired type of processing or the type of application, the polyaddition products can contain known additives such as catalysts, water-extracting agents, foaming or expanding agents, foam stabilizers, etc.

As far as ortho-nitrobenzyl compounds which are suitable for introducing into the polyurethane are concerned, mention may be made of the compounds given on the last page.

As functional groups of the photochromic dinitrobenzyl compounds which facilitate chemical bonding to the reacting polyaddition system, mention may be made of the following by way of example: amino groups, hydroxyl groups, carboxyl groups.

It is surprising that the colored form of the ortho-nitrobenzyl compounds is, in general, so strongly stabilized by the polyurethane matrix that the color change takes place at room temperature. In addition, special mention should be made of the fact that, in this way, use can be made of orthonitrobenzyl compounds with the simplest preparation, especially also

-4-

2-(2',4'-dinitrobenzyl)-pyridine.

The stabilizing effect of the polyurethane matrix for the color form of the dinitrobenzyl compounds is not impaired when interpenetrating copolymers are, for example, prepared with acrylates. Thereby, it is possible to further develop and improve the properties of the polymers.

The procedures of the invention make it possible, at room temperature, to prepare photochromic polymer systems with a wide range of variations or applications as, for example, as clear transparent photochromic bodies in various forms. Further, the processes of the invention make possible the preparation of photochromic cellular materials (or foam materials), lacquers, rubbery substances, as well as adhesives and coating agents as, for example, synthetic leather, paper, polymer substrates or glass in the form of a coating (veneer) common for this purpose. The photochromic polymer systems prepared in accordance with the invention with a wide range of variations display, on being irradiated, a reversible color change from colorless to blue.

The following examples describe possible uses of the process of the invention in a non-limiting manner.

EXAMPLE 1

1.0 g of 2-(2',4'-dinitrobenzyl)-pyridine is dissolved under an inert gas in 25.0 g of freshly distilled methacrylic acid methyl ester and then treated with 0.1 g of azo-bis-isobutyronitrile. The reaction mixture is then heated for 25 hours at 50°C to yield a clear transparent photochromic solid. However, the color change from pale yellow to blue takes place only when cooling (to -20°C, for example). No photochromic effect occurs at room temperature.

EXAMPLE 2

1.0 g of 2-(2',4'-dinitrobenzyl)-4-picoline is dissolved in 25 g

of hexamethylene diisocyanate and stirred with 11.6 g of a trifunctional polyether alcohol with an OH number of 410 (polyether polyol, polyol I). The clear solution is treated with 42.8 g of a polyether alcohol based on phthalic acid with the OH number 225 (polyol II), the mixture being stirred until the ester is completely dissolved. Next, the product is degassed in an oil pump vacuum for about 5 to 10 minutes.

To produce glass-clear polyurethane bodies, the viscous solution is inserted into a suitable vessel and allowed to harden at room temperature for 24 hours and about 40 hours at 50°C.

By contrast with Example 1, the glass-clear polyurethane bodies display strong photochromism with the reversible color change from colorless to blue.

EXAMPLE 3

1.0 g of the nitrated 2- and 4-benzyl pyridine isomer mixture is dissolved in 25.6 g HDI, then treated with 11.6 g of polyol I and stirred with 42.8 g of polyol II until a clear solution is obtained. Next, the product is degassed for about 5 to 10 minutes in an oil pump vacuum, stirred with 0.05 g of dibutyl tin laurate as a catalyst and poured to form films or introduced into a suitable form-giving container. Hardening occurs after holding for 24 hours at room temperature followed by 40 hours at 50°C. By contrast with Example 1, an intense photochromism is obtained at room temperature with a reversible color change from colorless to blue.

EXAMPLE 4

Introduced into a mixture consisting of a trifunctional polyether alcohol with the OH number 36, 0.05 g of dibutyl tin laurate and 1.2 g HDI are 1.2 g of 2-(2',4'-dinitro-5'-methylbenzyl)-4-picoline until complete solution is obtained. The reaction mixture is next drawn out into a film

by means of a doctor blade on a metal plate treated with a parting agent. The hardened film can be pulled off after 24 hours. By contrast with Example 1, the film displays an intense reversible color change from colorless to blue when irradiated at room temperature.

EXAMPLE 5

A mixture consisting of 1.0 g of 2-(2',4'-dinitrobenzyl)-isonicotinic acid, 16 g of a difunctional polyester alcohol with an OH number of 56, 2g of a multifunctional polyester alcohol with an OH-number of 235, 0.1 g DABCO and 2 g of HDI are mixed homogeneously. Plates of glass or of polymethyl methacrylate are stacked together using the medium viscosity reaction mixture. In this case, the thickness of the adhesion layer was about 0.2 mm.

The adhesion joints are hardened after 12 hours at room temperature. By contrast with Example 1, the joints display intense photochromism at room temperature with a color change from colorless to blue.

EXAMPLE 6

21.4 g of a polyether alcohol based on phthalic acid with the OH-number 225 (polyol III) are stirred with 12.8 g of hexamethylene diisocyanate and treated with 5.8 g of a trifunctional polyether alcohol with an OH-number of 410 (polyether polyol, polyol I). 0.05 g of dibutyl tin laureate are added as a catalyst. The reaction mixture is then allowed to stand for 24 hours at room temperature. The polyurethane thus obtained is dissolved in 100 ml of acetone, 5.0 g of 2-(2',4'-dinitrobenzyl)pyridine are then added and the product is poured on to a glass plate to form films. The product is dried at room temperature to remove any solvent residue and then held at 50°C in vacuum. By contrast with Example 1, the films obtained display intense photochromism at room temperature with a reversible color change from colorless to blue.

PATENT CLAIMS

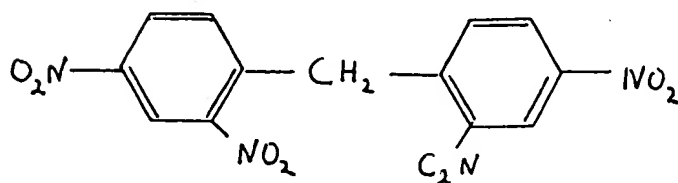
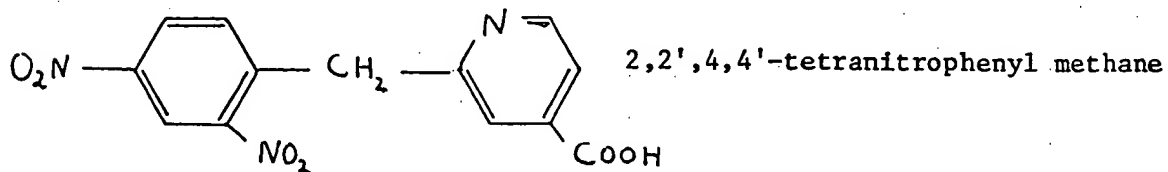
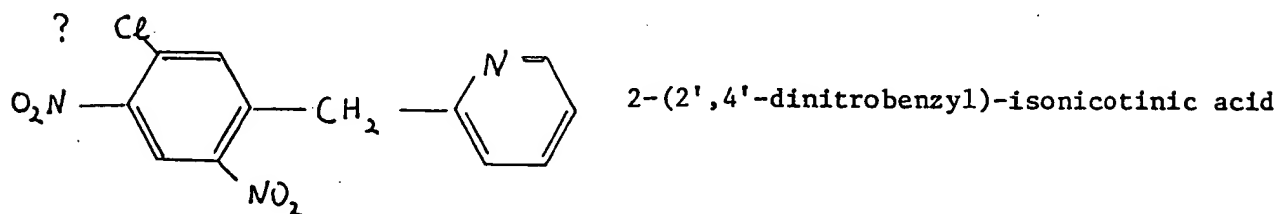
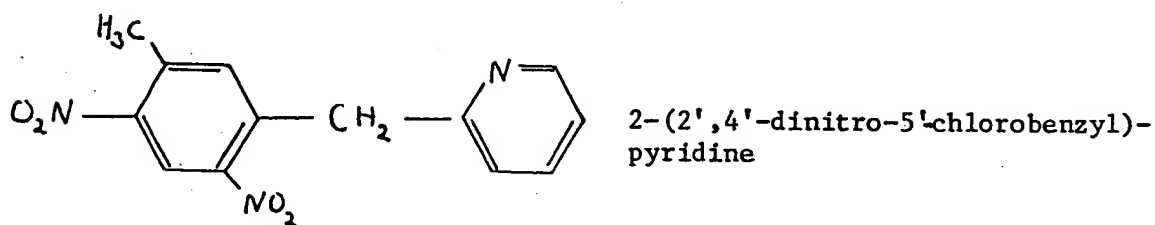
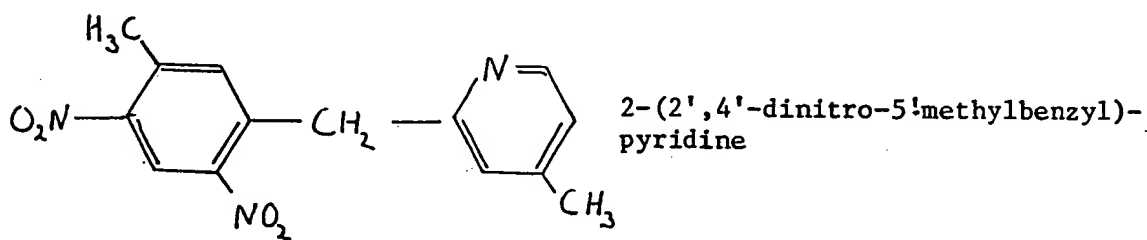
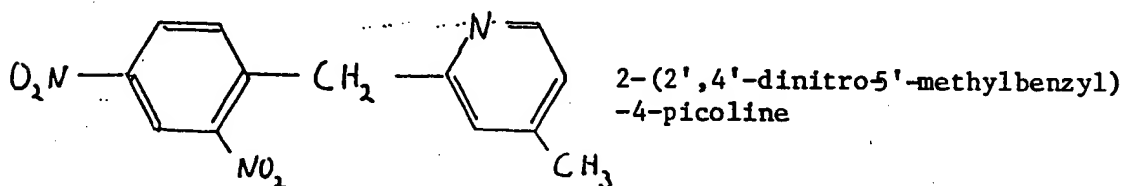
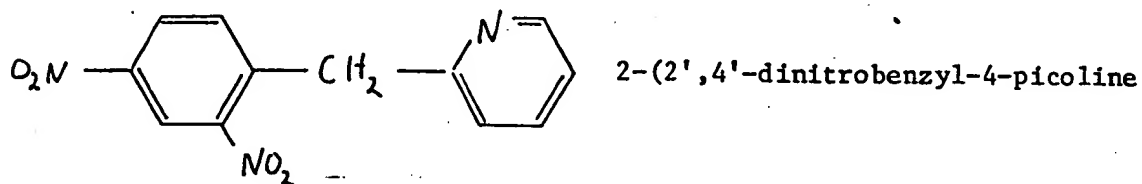
(We claim:)

1. A process for preparing photochromic polymer systems, characterized in that photochromic ortho-nitrobenzyl compounds are added to reaction systems which lead to polyurethanes and that, as a result, the nitrobenzyl compounds become locked into the polyurethanes which form.

2. A process for preparing photochromic polymer systems, characterized in that photochromic orthonitrobenzyl compounds are added to reaction systems which lead to polyurethanes, the said ortho-nitrobenzyl compounds containing a functional group which is capable of reacting with one of the components of the system which forms the polyurethane and thus become chemically bonded to the polyurethane.

3. A process for preparing photochromic polymer systems, characterized in that photochromic ortho-nitrobenzyl compounds are embedded in known manner in preformed polyurethanes.

2-(2',4'-dinitrobenzyl)-pyridine or nitrating product of isomer mixtures of 2 and 4 benzyl pyridine.



N CA85(2):6601y
I Photochromic polymer systems
J Hoerhold, Hans H.; Klemm, Elisabeth; Klemm, Dieter; Becker, Robert
O E. Ger.
I G r. (East) DD 116520, 20 Nov 1975, 4 pp.
I Appl. or Pr. 181 886, 24 Oct 1974

L G03C
C 36-3 (Plastics Manufacture and Processing)
X 74

T P
O GEXXA8
Y 1975

A Ger
N CA85(2):6601y

B Polyurethanes were prepd. which contained
2-(2,4-dinitrobenzyl)-4-picoline (I) [25927-45-1],
2-(2,4-dinitrobenzyl)isonicotinic acid [58294-13-6], or a similar
compd. and had photochromic properties at 25.degree.. Thus, I 1,
OCN(CH₂)₆NCO 25.6, and polyether polyols 54.4 g were used to prep. a
photochromic polyurethane which changed reversibly from colorless to
blue.

THIS PAGE

THIS PAGE BLANK